

(6.1E)

P8182U\$

P8182 EP

XP-002290242

AN - 2004-492375 [47]

AP - JP20020343390 20021127

CPY - RIGA-N

DC - S03 V05

FS - EPI

IC - G01N23/20 ; G01N23/201 ; G21K1/04 ; G21K1/06 ; G21K3/00

MC - S03-E06H7 V05-E08

PA - (RIGA-N) RIGAKU DENKI KK

PN - JP2004177248 A 20040624 DW200447 G01N23/20 014pp

PR - JP20020343390 20021127

XIC - G01N-023/20 ; G01N-023/201 ; G21K-001/04 ; G21K-001/06 ; G21K-003/00

XP - N2004-388572

AB - JP2004177248 NOVELTY - Attenuator (41) has X-ray absorption element to adjust intensity of X-ray from X-ray source (4). Sample holder (12) is placed between attenuator and control plate (48) arranged ahead of X-ray detector (13). The control plate has direct-beam stopper (38) that is moved between specific position on optical path and evacuation position. The absorption element and stopper are moved relatively by control apparatus (56).

- USE - For analyzing structure of sample using X-ray.
- ADVANTAGE - Prevents entry of high intensity X-ray into X-ray detector, even when the X-ray detector is arranged on the X-ray optical path.
- DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows a perspective view of the X-ray analysis apparatus. (Drawing includes non-English language text).

- X-ray source 4

- sample holder 12

- X-ray detector 13

- direct-beam stopper 38

- attenuator 41

- aperture 46a

- X-ray absorption elements 47a-47d

- control plate 48

- control apparatus 56

- (Dwg.1/4)

IW - RAY ANALYSE APPARATUS RAY ABSORB ELEMENT ADJUST INTENSITY RAY DIRECT BEAM STOPPER MOVE RELATIVELY CONTROL APPARATUS

IKW - RAY ANALYSE APPARATUS RAY ABSORB ELEMENT ADJUST INTENSITY RAY DIRECT BEAM STOPPER MOVE RELATIVELY CONTROL APPARATUS

NC - 001

OPD - 2002-11-27

ORD - 2004-06-24

PAW - (RIGA-N) RIGAKU DENKI KK

TI - X-ray analysis apparatus has X-ray absorption element to adjust intensity of X-ray and direct-beam stopper which are moved relatively by control apparatus

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-177248

(P2004-177248A)

(43) 公開日 平成16年6月24日(2004. 6. 24)

(51) Int.C1.⁷

GO 1 N 23/20
 GO 1 N 23/201
 G2 1 K 1/04
 G2 1 K 1/06
 G2 1 K 3/00

F I

GO 1 N 23/20
 GO 1 N 23/201
 G2 1 K 1/04
 G2 1 K 1/06
 G2 1 K 1/06

テーマコード(参考)

2 G001

審査請求 有 請求項の数 5 O L (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願2002-343390 (P2002-343390)

(22) 出願日

平成14年11月27日 (2002.11.27)

(71) 出願人 000250339

理学電機株式会社

東京都昭島市松原町3丁目9番12号

(74) 代理人 100093953

弁理士 横川 邦明

(72) 発明者 青柳 誠

東京都昭島市松原町3丁目9番12号 理

学電機株式会社拝島工場内

(72) 発明者 岩崎 吉男

東京都昭島市松原町3丁目9番12号 理

学電機株式会社拝島工場内

F ターム(参考) 2G001 AA01 BA14 CA01 DA09 HA15

JA04 JA20 SA04 SA11 SA30

(54) 【発明の名称】 X線分析装置

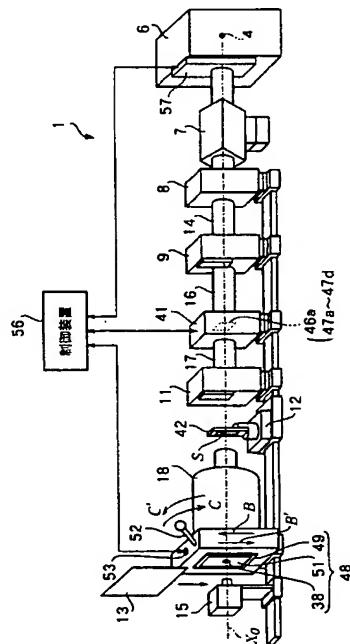
(57) 【要約】

【課題】 X線検出器に非常に強いX線が入ることを確実に防止できるX線分析装置を提供する。

【解決手段】 X線源4からX線をその強度を弱めて通過させるX線吸収部材47a～47bと、そのX線吸収部材をX線光路X0上に置く状態と置かない状態46aとを選択的に実現するアッテネータ41と、ダイレクトビームストップ88をX線光路X0上の位置とそこから退避する退避位置との間で移動させる機構と、X線吸収部材47a等とダイレクトビームストップ88とを連動して移動させる制御装置56とを有するX線分析装置1である。ダイレクトビームストップ88が開いたときは、それに連動してX線吸収部材47a等をX線光路X0上に配置する。X線源4のダイレクトビームがX線検出器15に入るのを確実に防止する。

【選択図】

図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

X線を発生するX線源と、
X線をその強度を弱めて通過させるX線減衰要素と、
該X線減衰要素をX線光路上に置く状態と置かない状態とを選択的に実現するX線強度調節手段と、
分析する試料を保持する試料支持手段と、
前記X線源から出たダイレクトビームの進行を阻止するダイレクトビームストップと、
該ダイレクトビームストップをX線光路上の位置とそこから退避する退避位置との間で移動させるストップ位置調節手段と、
前記X線源から見て前記ダイレクトビームストップの後方位置に配置されるX線検出手段と、
前記X線減衰要素と前記ダイレクトビームストップとを連動して移動させる制御手段とを有することを特徴とするX線分析装置。

【請求項 2】

請求項1において、
前記制御手段はX線測定を行うための制御形態である測定モードを有し、
該測定モードにおいて前記制御手段は、前記ダイレクトビームストップをX線光路上に置き、それに連動して前記X線減衰要素を退避位置に置くことを特徴とするX線分析装置。

【請求項 3】

請求項2において、
前記制御手段はX線光学系のセッティングを行うための制御形態であるセッティングモードを有し、
このセッティングモードにおいて前記制御手段は前記X線減衰要素をX線光路上に置くことを特徴とするX線分析装置。

【請求項 4】

請求項2において、
前記制御手段はX線が出ているかどうかをチェックするための制御形態であるX線モニタモードを有し、
該X線モニタモードにおいて前記制御手段は、前記ダイレクトビームストップを退避位置に置き、それに連動して前記X線減衰要素をX線光路上に置くことを特徴とするX線分析装置。

【請求項 5】

請求項1において、
前記X線源からX線を放出する状態とX線を遮蔽する状態とを選択するX線シャッタを有し、
前記制御手段は、前記X線減衰要素と前記ダイレクトビームストップとが共にX線光路上に無いときに前記X線シャッタがX線を遮蔽する状態になるように連動させることを特徴とするX線分析装置。

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、X線を用いて試料の構造等を分析するX線分析装置に関する。

【0002】**【従来の技術】**

X線分析装置は、一般に、試料に照射するX線を発生するX線源と、試料から発生するX線、例えば回折X線や散乱X線等を検出するX線検出器とを有する。このX線分析装置において、X線源から放出されたX線が直接にX線検出器に入ること、すなわちダイレクトビームがX線検出器に入ることを防止するために、X線検出器の直前位置にX線の進行を

10

20

30

40

50

阻止する部材、いわゆるダイレクトビームストッパーを配置することが知られている（例えば、特許文献1参照）。

【0003】

また、X線光学系を構成する複数の要素の互いの位置関係を調節する作業、いわゆるアライメント作業又はセッティング作業のときに、X線検出器に強いX線が入って当該X線検出器を損傷させることを防止するために、X線の強度を弱める部材、例えばX線吸収板をX線光学系の中に配置することも知られている（例えば、特許文献2参照）。

【0004】

上記のダイレクトビームストッパーは、X線測定中、X線光路上に配置される。しかし、セッティング作業の際には、ダイレクトビームストッパーはX線光路上から退避させられることがある。また、上記のX線吸収板は、セッティング作業時にはX線光路上に配置される必要があるが、X線測定中にはX線光路上から外されることが必要である。このように、ダイレクトビームストッパーやX線吸収板等といった要素は、必要に応じて、それらを選択する必要がある。

【0005】

【特許文献1】

特開平7-55727号公報

【特許文献2】

特開平8-218449号公報

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、従来のX線分析装置においては、上記ダイレクトビームストッパーの位置と上記X線吸収板の位置は、それぞれ独自に変化されるようになっていて、互いに連動するものではなかった。従って、場合によっては、X線検出器にダイレクトビームや非常に強いX線が入ってしまい、当該X線検出器を損傷するおそれがあった。

【0007】

本発明は、上記の問題点に鑑みて成されたものであって、X線検出器に非常に強いX線が入ることを確実に防止できるX線分析装置を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】

(1) 上記の目的を達成するため、本発明に係るX線分析装置は、X線を発生するX線源と、X線をその強度を弱めて通過させるX線減衰要素と、該X線減衰要素をX線光路上に置く状態と置かない状態とを選択的に実現するX線強度調節手段と、分析する試料を保持する試料支持手段と、前記X線源から出たダイレクトビームの進行を阻止するダイレクトビームストッパーと、該ダイレクトビームストッパーをX線光路上の位置とそこから退避する退避位置との間で移動させるストッパー位置調節手段と、前記X線源から見て前記ダイレクトビームストッパーの後方位置に配置されるX線検出手段と、前記X線減衰要素と前記ダイレクトビームストッパーとを連動して移動させる制御手段とを有することを特徴とする。

【0009】

このX線分析装置によれば、X線減衰要素とダイレクトビームストッパーとを連動して移動させることができるので、一方をX線光路上から外れる位置へ退避させるときには、それに連動させて他方を自動的にX線光路上へ置くことができる。これにより、X線光路に沿って進行するX線は、必ず、X線減衰要素又はダイレクトビームストッパーのいずれかに当ることになる。それ故、X線光路上にX線検出器が配設される場合でも、そのX線検出器に強度の強いX線が入ることを確実に防止できる。

【0010】

(2) 上記構成のX線分析装置において、前記制御手段はX線測定を行うための制御形態である測定モードを有し、この測定モードにおいて前記制御手段は、前記ダイレクトビームストッパーをX線光路上に置き、それに連動して前記X線減衰要素を退避位置に置くことができる。

10

20

30

40

50

【0011】

測定モードにおいては、X線源から放出されるX線を試料に照射し、そのときに試料から発生するX線、例えば散乱X線をX線検出器によって検出する。このとき、ダイレクトビームストップをX線光路上に置いてあければ、X線検出器にダイレクトビームが当ってX線検出器が損傷することを防止できる。また、このとき、X線減衰要素はX線光路から外れる位置へ自動的に退避するので、試料へ照射されるX線が弱められることはない。

【0012】

(3) 上記構成のX線分析装置において、前記制御手段はX線光学系のセッティングを行うための制御形態であるセッティングモードを有し、このセッティングモードにおいて前記制御手段は前記X線減衰要素をX線光路上に置くことができる。この場合、制御手段は、ダイレクトビームストップの位置に関係なく、必ず、X線減衰要素がX線光路上に入っているようにすることを望ましい。

【0013】

セッティングとは、X線分析装置に含まれる複数のX線光学要素、例えば、スリット、コリメータ等をX線光路に対して所定の位置に合わせることにより、X線測定を正常に行うことができるようにするための作業のことである。この作業は、アライメントと呼ばれることもある。

【0014】

このセッティングを行う場合に、上記のようにX線減衰要素をX線光路上に配置すれば、強度が弱められたX線を用いて各X線光学要素の位置合わせを行うことができる。また、ダイレクトビームストップをX線光路から外れる位置へ退避させあければ、強度が弱められたX線がダイレクトビームストップによって誤って除去されることを防止できる。

【0015】

(4) 上記構成のX線分析装置において、前記制御手段はセッティングを行うための制御形態であるセッティングモードを有し、このセッティングモードにおいて前記制御手段は、前記ダイレクトビームストップを退避位置に置き、それに連動して前記X線減衰要素をX線光路上に置くか、あるいは、前記ダイレクトビームストップをX線光路上に置き、それに連動して前記X線減衰要素をX線光路上に置くことができる。

【0016】

セッティングモード時に、ダイレクトビームストップを退避位置に置き、それに連動してX線減衰要素をX線光路上に置くという制御を行えば、上記の通りに、X線減衰要素によって強度が弱められたX線を用いてセッティングを行うことができる。

【0017】

また、このセッティングモード時に、ダイレクトビームストップをX線光路上に置き、それに連動してX線減衰要素をX線光路上に置くように、すなわち両方をX線光路上に置くという制御を行えば、ダイレクトビームストップそれ自体が正規の位置にセットされているかどうか、すなわちダイレクトビームストップに関するセッティングを行うことができる。

【0018】

(5) 上記構成のX線分析装置において、前記制御手段はX線が出ているかどうかをチェックするための制御形態であるX線モニタモードを有し、該X線モニタモードにおいて前記制御手段は、前記ダイレクトビームストップを退避位置に置き、それに連動して前記X線減衰要素をX線光路上に置くことができる。

【0019】

X線減衰要素をX線光路上に置いて、そのX線光路に沿って進行するX線の強度を弱めると共に、ダイレクトビームストップをX線光路から外れる位置へ退避させれば、強度を弱められた上記のX線をX線光路上に配置したX線検出器によって検出できるか、あるいは検出できないかによって、X線が出ているか、あるいは出でないかを判定できる。

【0020】

(6) 上記構成のX線分析装置は、前記X線源からX線を放出する状態とX線を遮蔽す

10

20

30

40

50

る状態とを選択するX線シャッタを有することが望ましい。そしてこの場合、前記制御手段は、前記X線減衰要素と前記ダイレクトビームストッパーと共にX線光路上に無いときに前記X線シャッタがX線を遮蔽する状態になるように連動させることが望ましい。このように、X線減衰要素及びダイレクトビームストッパーに加えて、X線シャッタの開閉動作も連動させるようすれば、過剰な強度のX線が誤ってX線検出器に入ってしまうことを、より一層確実に防止できる。

【0021】

(7) 上記構成のX線分析装置は、前記X線源と前記ダイレクトビームストッパーとの間に設けられると共にその内部に試料が置かれるX線光学系と、前記X線源から見て前記ダイレクトビームストッパーの後方位置に配置されるX線検出手段とを有することができる。そしてその場合、前記X線光学系はX線光路を中心とする小角領域において前記試料から発生する散乱X線を検出できる光学系によって構成できる。

10

【0022】

この構成のX線分析装置は、一般に、小角散乱装置と呼ばれるX線分析装置である。この小角散乱装置は、広角ゴニオメータでは測定できない角度領域、すなわち、試料へ入射するX線の中心から0.08°～4.5°程度の角度領域、いわゆる小角領域内に発生するX線、例えば散乱X線を測定する。

【0023】

このような小角領域内に発生するX線を認識できるようにするため、換言すれば、小角領域内における分解能を高めるため、小角散乱装置では、広角領域を測定範囲とする一般的なX線回折装置とは異なった構造、例えば、▲1▼試料へ入射するX線を非常に狭い平行ビームに絞ったり、▲2▼スリットから発生する不要な寄生散乱線が試料へ入射することを防止するために多数の、例えば3つのスリットを長い光路長の中に配設したり、▲3▼X線源からX線検出器にいたるX線通路を真空状態に保持したり、▲4▼試料からX線検出器に至る長さ、いわゆるカメラ長を非常に長くとる、等といった種々の構成が採用される。

20

【0024】

この小角散乱装置によれば、広角X線分析装置では測定できない、長周期構造を有する物質、例えば有機化合物、における分子構造の違いをX線回折図形の違いによって捉えることができる。

30

【0025】

【発明の実施の形態】

以下、本発明をX線分析装置の一例である小角散乱装置に適用した場合を例に挙げて説明する。なお、この実施形態は本発明の一例であって、本発明を限定するものではない。

【0026】

図1は、本発明の一実施形態である小角散乱装置1を示している。この小角散乱装置1は、X線源4を備えたX線管6と、X線源4から発生したX線を1つの焦点に収束させるX線集光手段としてのコンフォーカルミラー7と、第1スリット8と、第2スリット9と、第3スリット11と、試料支持装置12と、X線検出手段としての2次元X線検出器13と、X線検出手段としての0次元X線検出器15とを有する。

40

【0027】

X線源4は、例えば、通電によって発熱するフィラメント(図示せず)と、そのフィラメントに対向して配置されたターケット(図示せず)とによって構成できる。フィラメントとターケットとの間には所定の電圧、いわゆる管電圧が印加される。フィラメントに所定の電流を流すと当該フィラメントが発熱して熱電子が放出され、この熱電子が上記の管電圧によって加速されてターケットの表面に衝突し、この衝突領域からターケットの材質に対応した波長のX線が発生する。ターケットの表面において電子が衝突する領域がX線焦点である。

【0028】

X線管6はX線を外部へ放出するための窓(図示せず)を有しており、その窓の所にはX

50

線シャッタ57が設けられる。このX線シャッタ57はX線源4から出たX線の進行を許容する開状態と、そのX線の進行を遮蔽する閉状態とを選択することができるシャッタ機構を有している。このシャッタ機構にいずれの状態を選択させるかは、制御装置56によって制御される。

【0029】

この制御装置56は、単独の制御回路によって構成することもできるし、あるいは、小角散乱装置1の全体の制御を行う制御回路の一部として構成することもできる。また、制御装置56は、CPU(Central Processing Unit)、RAM(Random Access Memory)、ROM(Read Only Memory)、記憶媒体等を含んで構成されるコンピュータシステムによって構成することもできるし、あるいは、コンピュータを含まないシーケンス回路を用いて構成することもできる。

【0030】

第2スリット9と第3スリット11との間にはX線強度調節手段としてのアッテネータ41が配設される。また、試料支持装置12には試料ホルダ42が装着できるようになっており、その試料ホルダ42に測定対象である試料8が取り付けられる。

【0031】

本実施形態の場合、2次元X線検出器13は蓄積性蛍光体を用いた検出器フレートによって構成される。この検出器フレート13は、X線を検出する面の全面に蓄積性蛍光体が均一な厚さで設けられたフレートである。蓄積性蛍光体は、それ自体周知の物質であり、X線が当った部分にそのX線の強度に対応する量のエネルギーを持った潜像を蓄積でき、さらに、その部分に輝尽励起光、例えばレーザ光が照射されると、その蓄積されたエネルギー潜像が光として外部へ放出される、という機能を有する物質である。

【0032】

なお、2次元X線検出器としては、蓄積性蛍光体を用いた検出器フレート以外に、複数のCCD(Charge Coupled Device:電荷結合素子)を平面的に配列して成るCCDX線検出器を用いることもできる。また、0次元X線検出器15は、PC(Proportional Counter)やSC(Scintillation Counter)等によって構成できる。

【0033】

試料8に対して小角散乱測定を行う場合、X線検出器としては2次元X線検出器である検出器フレート13が用いられる。また、スリット8、9、11その他の要素をX線光路X0に対して所定の位置に合わせる作業、すなわちセッティング作業を行う場合、X線検出器としては0次元X線検出器15が用いられる。

【0034】

アッテネータ41は、図4に示すように、X線光路X0に対して平行(すなわち、図4の紙面垂直方向)に延びる軸43を中心として矢印Aのよう又はその反対方向へ回転可能な円板44を有する。この円板44には、5個の開口46が軸43の周りに等角度間隔で設けられている。そして、1つの開口46aを除いて4つの開口46には、X線吸収率の異なる4つのX線吸収部材47a、47b、47c、47dがX線減衰要素として装着されている。開口46aは何も装着されないで、空の状態になっている。

【0035】

X線吸収部材47a～47dはX線を吸収できる物質、例えば、Cu(銅)、Al(アルミニウム)によって形成され、X線の吸収率を異ならせるため、それらの厚さが異ならせてある。例えば、X線吸収部材47aは厚さ0.8mmのCuによって形成され、X線吸収部材47bは厚さ0.2mmのCuによって形成され、X線吸収部材47cは厚さ0.1mmのCuによって形成され、X線吸収部材47dは厚さ0.2mmのAlによって形成される。

【0036】

円板44の軸43には回転駆動装置54が接続される。この回転駆動装置54は、例えば

、回転角度を制御可能な電動モータを用いて構成される。この回転駆動装置54によって円板44を所定の角度だけ軸43を中心として回転させることにより、複数の開口46のうちのいずれか1つをX線光路X0上に選択的に置くことができる。図4では、空の開口46aがX線光路X0上に置かれた状態を示しており、この状態ではX線光路上にX線吸収部材が置かないので、図1のX線源4から出たX線は減衰されることなくアンテナタ41を通過する。

【0037】

なお、X線吸収部材47a～47d及び空の開口46aのうちのいずれかX線光路X0に位置しているかを判定する手段は種々考えられ、特定のものに限定されることはない。例えば、回転駆動装置54をパルスモータによって構成し、そのパルスモータに印加するパルスを制御することにより、円板44を希望の角度だけ回転させることの方法が考えられる。

10

【0038】

また、軸43にパルス発生器を取り付けておき、このパルス発生器によって円板44の回転角度を検出するという方法も考えられる。また、個々の開口46に対応させてカムを設け、いずれかの開口46がX線光路X0に到来したときにはそれに対応するカムがマイクロスイッチによって検出されるという方法も考えられる。

【0039】

回転駆動装置54の動作は図1の制御装置56によって制御される。また、図4の円板44の角度位置に関する情報、すなわち開口46の回転方向に関する角度位置に関する情報は、図1の制御装置56へ伝送され、その制御装置56による制御のための情報として用いられる。

20

【0040】

第1スリット8と第2スリット9との間には管14が配設され、第2スリット9とアンテナタ41との間には管16が配設され、アンテナタ41と第3スリット11との間には管17が配設され、試料8が装着される位置と検出器フレート13が置かれる位置との間には管18が配設される。小角散乱測定の際、検出器フレート13は管18の端部に対向して配設される。これらの管14、16、17、18は図示しない減圧装置に接続され、この減圧装置の働きにより、これらの管の内部は真空又はそれに近い減圧状態に減圧される。この減圧状態により、管内を進行するX線が空気散乱によって減衰することを防止できる。

30

【0041】

本実施形態の小角散乱装置1では、試料支持装置12によって支持される試料8から発生する散乱線を検出することが目的であるが、この散乱線の強度は非常に小さい。上記のように管14、16、17、18によって減圧通路を形成するのは、X線の空気散乱によって目標とする試料8からの散乱線が乱されることを防止するためである。

【0042】

管18の端部にはストップフレート48が矢印B及びB'で示すようにスライド移動可能に装着されている。このストップフレート48は、正方形、長方形、円形その他適宜の形のリング状に形成された枠49と、その枠49に装着されたX線透過フィルム51と、そのX線透過フィルム51の略中央位置に固定、例えば接着されたダイレクトビームストップ48によって構成されている。ダイレクトビームストップ48は、例えば、Pb(鉛)によって形成される。

40

【0043】

ストップフレート48が取り付けられた管18の端部には、そのストップフレート48をスライド移動させるための機構が内蔵されている。また、このスライド機構にはレバー52が付設されている。レバー52を矢印C方向へ傾ければストップフレート48を矢印B方向へスライド移動させることができる。また、レバー52を矢印C'方向へ傾ければストップフレート48を矢印B'方向へスライド移動させることができる。

【0044】

50

本実施形態では、レバー52を矢印C方向の最端位置まで移動させるとストップフレート48を矢印B方向の最端位置まで移動させることができ、この最端位置においてダイレクトビームストップ88がX線光路X0上に位置するようになっている。また、レバー52を矢印C'方向へ移動させれば、ストップフレート48を矢印B'方向へスライド移動させて、ダイレクトビームストップ88をX線光路X0から外れる退避位置へ退避させることができる。

【0045】

このように、ストップフレート48、それをスライド移動させるための機構、及びレバー52は、ダイレクトビームストップ88をX線光路X0上の位置とそこから退避する位置との間で移動させるストップ位置調節手段を構成している。もちろん、ストップ位置調節手段はこれ以外の構成とすることもできる。

【0046】

ストップフレート48をスライド移動させるための機構又はレバー52には、フォトセンサ、マイクロスイッチ、その他、任意の構造の位置センサ53が付設され、ダイレクトビームストップ88がX線光路X0上有る場合と、X線光路X0から退避している場合との違いに応じて、その位置センサ53から異なる信号が出力されるようになっている。

【0047】

図2は、図1に示す小角散乱装置1におけるX線の進行の様子を模式的に示している。図2において、図1と同じ符号は同じ要素を示している。図2に示すように、コンフォーカルミラー7は、互いに交差する関係にある2つのX線反射面7a及び7bを有し、それらのX線反射面で反射したX線が同じ又はほぼ同じ焦点fに集まるようになっているX線反射ミラーである。

【0048】

このコンフォーカルミラー7は、例えば、X線を反射することができる材料、例えば、ニッケル、白金、タンクステン等によって単層構造として形成することができる。あるいは、コンフォーカルミラー7は、X線反射面上に複数の薄膜を積層することにより、X線の回折を利用して全体としてX線を反射させる構造の多層膜ミラーとして形成することができる。この多層膜ミラーによれば、単層構造のX線反射ミラーに比べて、より強度の強いX線を反射して焦点fへ集めることができる。

【0049】

図1の小角散乱装置1の全体の動作を制御する制御装置は、制御装置56を含んで構成されたり、制御装置56とは別に設けられたりするが、この制御装置は少なくとも、測定モード、セッティングモード、X線モニターモードの3つの制御モードを有している。これらのモードは、キーボード、マウス、その他の適宜の操作入力装置によって指示できる。

【0050】

測定モードは、試料8に対してX線を照射し、その試料8から発生する散乱X線をX線光路X0の中心に対する小角領域内で測定するための制御モードである。X線モニターモードは、X線源4からX線が出ているかどうかをチェックするための制御モードである。

【0051】

また、セッティングモードは、X線源4からダイレクトビームストップ88までの間に配置された各種の光学要素、例えば、コンフォーカルミラー7、スリット8、9、11、試料支持装置12等によって形成されるX線光学系がX線光路X0に対して所定の位置に合わされているかどうかをチェックするための制御モードである。また、ダイレクトビームストップ88がX線光路X0上に正確に位置しているかどうかのチェックもセッティングモードに含まれる。

【0052】

(測定モード)

まず、測定モード時の動作について説明する。この測定モード時、測定者はストップフレート48のためのレバー52を矢印C'方向の最端位置にセットして、ダイレクトビームストップ88をX線光路X0上に配置する。また、検出器フレート13をX線光路X0上

に配置する。レバー 52 を上記の位置にセットすると、その位置情報が位置センサ 53 によって制御装置 56 へ伝送される。制御装置 56 は、その情報に従って、アッテネータ 41 及び X 線シャッタ 57 の動作を制御する。つまり、ダイレクトビームストッパー 38 の位置と連動させてアッテネータ 41 及び X 線シャッタ 57 の状態を制御する。

【0053】

具体的には、図 4 のアッテネータ 41 内の回転駆動装置 54 に、X 線光路 X0 に X 線吸収部材 47a～47b を介在させない旨の情報が伝送され、これにより、円板 44 が必要な角度だけ回転駆動されて、空の開口 46a が X 線光路 X0 上にセットされる。つまり、アッテネータ 41 は、X 線を減衰させない状態にセットされる。また、図 1 の X 線シャッタ 57 は、X 線通路を開いて X 線を通過させる状態にセットされる。

10

【0054】

以上の条件の下、測定者は、試料 S が装着された試料ホルダ 42 を試料支持装置 12 の所定位置に取り付けて、試料 S を X 線光路 X0 上にセットする。次に、測定者によって測定スタートの指示が成されると、X 線源 4 から X 線が発生され、その X 線は図 2 においてコンフォーカルミラー 7 によって焦点 f に集光するように進行する。また、第 1 スリット 8 及び第 2 スリット 9 のダブルスリット構造により、X 線の収束状態を安定な状態に設定し、さらに、第 2 スリット 9 で発生する寄生散乱線が試料 S に当ることを第 8 スリット 11 によって防止する。

【0055】

第 3 スリット 11 を通過した X 線が試料 S に入射すると、図 8 において、その試料 S の分子構造に応じた散乱角度 2θ の所に当該分子構造に応じた強度の散乱線が発生する。そして、この散乱線が当った部分の検出器フレート 18 に散乱線の強度に対応したエネルギー蓄積が蓄積される。

20

【0056】

なお、図 3 において、ダイレクトビーム Rd が当る部分 W0 の検出器フレート 18 の前にはダイレクトビームストッパー 38 が配設され、ダイレクトビーム Rd が検出器フレート 18 に直接に当ることを防止している。また、W1 で示す領域は、図 2 の第 2 スリット 9 で発生した寄生散乱線が第 3 スリット 11 によって阻止できなくて、検出器フレート 18 に到達してしまう領域を示している。

30

【0057】

つまり、検出器フレート 18 における領域 W0 及び領域 W1 は、ダイレクトビームや寄生散乱線に邪魔されて、試料 S からの散乱線を測定できない領域である。従って、本実施形態の小角散乱装置 1 によって測定される小角領域は、図 3 の W1 よりも外側の 2θ 領域であり、具体的には、0.08°～4.5° の角度領域である。

【0058】

このような小角領域における散乱線の測定は、X 線をスリット 8, 9, 11 によって極めて小さく絞った上で、さらにカメラ長しを長くして行わなければならぬので、一般的な広角ゴニオメータを用いて行われる X 線測定では実現できない。また、X 線を小さく絞る関係上、試料 S に入射する X 線の強度が低くなるので、測定のために長時間をする傾向にある。

40

【0059】

しかしながら、本実施形態では、図 2 に示すように、X 線源 4 から出た X 線をコンフォーカルミラー 7 で集光するようにしたので、従来に比べて強度の強い X 線を試料 S に入射させることができる。このように高強度の X 線を試料 S に入射させることができるので、本実施形態では、非常に短時間で検出器フレート 18 上に十分な強度の散乱線を得ることができ、従って、非常に短時間で測定を完了できる。

【0060】

以上の測定の完了後、図 1 において、測定者は検出器フレート 18 を小角散乱装置 1 から取り外し、その検出器フレート 18 を X 線読み取り装置（図示せず）の所定の読み取り位置にセットする。そして、検出器フレート 18 のエネルギー蓄積面の全面を輝尽励起光、例えは

50

レーザ光によって走査し、このレーザ光によって励起された光を採取して、さらに光電管等によって電気信号に変換し、この電気信号に基づいて、試料Sから発生した散乱線の散乱角度2θ及び散乱線の強度を測定する。

【0061】

(セッティングモード)

次に、セッティングモード時の動作について説明する。このセッティングモードは、通常、必要に応じて、上記の測定モードを行うのに先立って測定者の指示に従って実行される。このセッティングモードには、図1において、X線源4からダイレクトビームストップバ38の手前側までに設置される各種の要素から成るX線光学系についての位置状態を合わせるためのモードと、ダイレクトビームストップバ38の位置を合わせるためのモードとの2種類がある。

【0062】

(1) まず、ダイレクトビームストップバ38の前側にあるX線光学系に関するセッティングについて説明する。このセッティングの場合、測定者は検出器フレート13を小角散乱装置1から取り外し、それに代えて、0次元X線検出器15をX線光路X0上に設置する。また、試料支持装置12に試料Sを装着しない状態とする。

【0063】

また、ダイレクトビームストップバ38のレバー52を矢印C'方向の最端位置まで移動させて、ストップフレート48を矢印B'方向へスライド移動させて、ダイレクトビームストップバ38をX線光路X0から外れる退避位置へ移動させる。このように、ダイレクトビームストップバ38を退避位置へ退避させると、その位置情報が位置センサ58によって制御装置56へ伝送され、制御装置56はその情報に従って、アッテネータ41及びX線シャッタを連動して制御する。

【0064】

具体的には、図4の回転駆動装置54を制御して円板44を適宜の角度だけ回転させて、X線吸収部材47a～47dのいずれか希望するものをX線光路X0上にセットする。どのX線吸収部材を選択するかは、X線の強度をどの程度まで減衰させるかに応じて決められる。X線源4から出たX線はX線吸収板47a～47dの1つによって減衰されるので、ダイレクトビームストップバ38がX線光路X0から外れている場合でも、X線検出器15に強度の強いX線が誤って入ることを防止でき、そのX線検出器15の損傷を防止できる。

【0065】

また、制御装置56は、ダイレクトビームストップバ38がX線光路X0から外れる位置へ退避されたことに連動させて、X線シャッタ57を開状態にセットする。これにより、スリット8、9、11等を含むX線光学系にX線を通すことができる。このように通過されたX線がアッテネータ41内のX線吸収部材47a～47dのいずれかによって減衰された後、X線検出器15によって所定の強度で検出されれば、スリット8、9、11等を含むX線光学系が正規の位置に配置されていることが確認される。

【0066】

一方、X線検出器15によって所定の強度のX線が検出されない場合は、X線光学系を構成する何等かの要素が正規の位置に置かれていないことが判定できる。この判定結果に従って、スリット8、9、11あるいはその他の要素の位置を調整することにより、セッティングが行われる。

【0067】

(2) 次に、ダイレクトビームストップバ38の位置を合わせるためのモードについて説明する。このモード時、測定者は、ストップフレート48のためのレバー52を矢印C方向の最端位置にセットして、ダイレクトビームストップバ38をX線光路X0上に配置する。こうすると、制御装置56は、それに連動して、図4のアッテネータ41内のX線吸収部材47a～47dのいずれかをX線光路X0上に配置する。また、X線シャッタ57は開状態、すなわちX線を通過させる状態に配置する。

【0068】

この状態で、X線源4からX線を発生させ、X線検出器15によってX線を検出する。ダイレクトビームストッパー88が正規の位置にセットされていれば、X線検出器15はX線を検出しない。一方、ダイレクトビームストッパー88が正規位置にセットされなければ、X線検出器15がダイレクトビームストッパー88から漏れ出したX線を検出する。このように、X線検出器15がX線を検出するか否かによってダイレクトビームストッパー88が正規の位置にセットされているか、いないかを判定できる。

【0069】

(X線モニターモード)

次に、X線モニターモード時の動作について説明する。このX線モニターモードは、通常、必要に応じて、上記の測定モードや上記のセッティングモードを行うのに先立って測定者10の指示に従って実行される。

【0070】

このX線モニターモード時、測定者はストッパフレート48のレバー52を矢印C'方向の最端位置に傾け移動させて、ダイレクトビームストッパー88をX線光路X0から外れる退避位置にセットする。ダイレクトビームストッパー88がこのように退避位置にセットされると、制御装置56はそれに連動して、図4のアッテネータ41において、X線吸収部材47a～47dのいずれかをX線光路X0上にセットする。そしてさらに、制御装置56は、それに連動させてX線シャッタ57を開いてX線の通過を許容する。

【0071】

以上の状態で、X線源4からX線を発生させると、そのX線はアッテネータ41のX線吸収部材47a～47dのいずれかによってその強度が減衰され、その減衰されたX線がX線検出器15によって検出される。こうしてX線検出器15によってX線が検出されれば、X線源4からX線が出ていることを認識できる。一方、X線検出器15がX線を検出しなければ、X線源4からX線が出ていないものと認定できる。

【0072】

以上に説明したように、本実施形態によれば、ダイレクトビームストッパー88の動きとアッテネータ41の動きとX線シャッタ57の動きとを互いに連動させていたので、X線検出器15にX線源4からのダイレクトビームが直接に入ることを確実に防止でき、それ故、X線検出器15に過剰なX線が入ってそのX線検出器15が損傷することを確実に防止できる。

【0073】

(その他の実施形態)

以上、好みしい実施形態を挙げて本発明を説明したが、本発明はその実施形態に限定されるものでなく、請求の範囲に記載した発明の範囲内で種々に改変できる。

【0074】

例えば、図1の実施形態では、ダイレクトビームストッパー88をX線光路X0上の位置と退避位置との間で移動させることを測定者の手動によって行うこととしたが、このダイレクトビームストッパー88の位置合わせも制御装置56によって自動的に行うことができる。

【0075】

また、図1の実施形態では、小角散乱装置に本発明を適用したが、本発明は小角散乱装置以外のX線分析装置、例えば、広角ゴニオメータを用いたX線分析装置に対しても適用できる。

【0076】

【発明の効果】

以上の説明のように、本発明によれば、X線減衰要素とダイレクトビームストッパーとを連動して移動させることができるので、一方をX線光路上から外れる位置へ退避させると、には、それに連動させて他方を自動的にX線光路上へ置くことができる。これにより、X線光路に沿って進行するX線は、必ず、X線減衰要素又はダイレクトビームストッパーのい

10

20

30

40

50

ずれかに当ることになる。それ故、X線光路上にX線検出器が配設される場合でも、そのX線検出器に強度の強いX線が入ることを確実に防止できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係るX線分析装置の一実施形態を示す斜視図である。

【図2】図1のX線分析装置におけるX線の進行状況を模式的に示す図である。

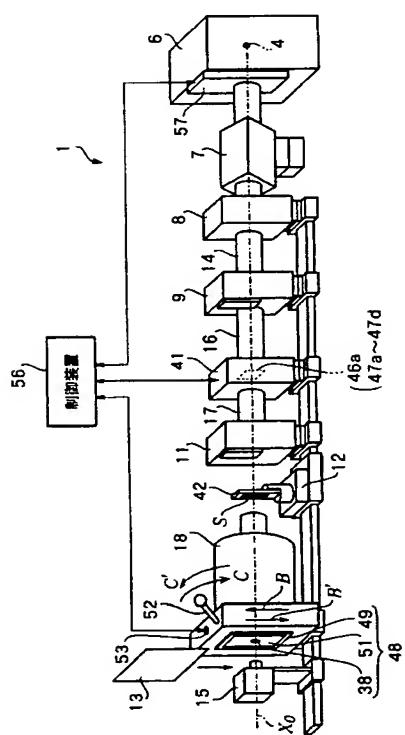
【図3】図2の主要部を拡大して示す図である。

【図4】図1のX線分析装置の主要部であるアッテネータの内部構造の一例を示す図である。

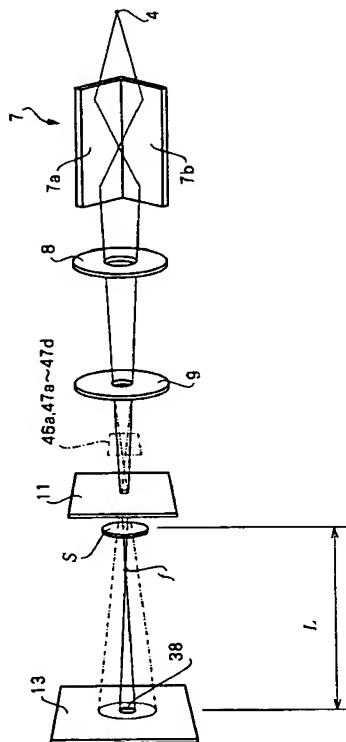
【符号の説明】

1：小角散乱装置、4：X線源、6：X線管、7：コンフォーカルミラー、8、9、11～18：スリット、12：試料支持装置、13：検出器フレート（2次元X線検出器）、14、16、17、18：管、38：ダイレクトビームストップ、41：アッテネータ（X線強度調節手段）、42：試料ホルダ、43：回転軸、44：円板、46：開口、46a：空の開口、47a～47d：X線吸収部材（X線減衰要素）、48：ストップフレート（ストップ位置調節手段）、51：X線透過フィルム、52：レバー、53：位置センサ、57：X線シャッタ
10

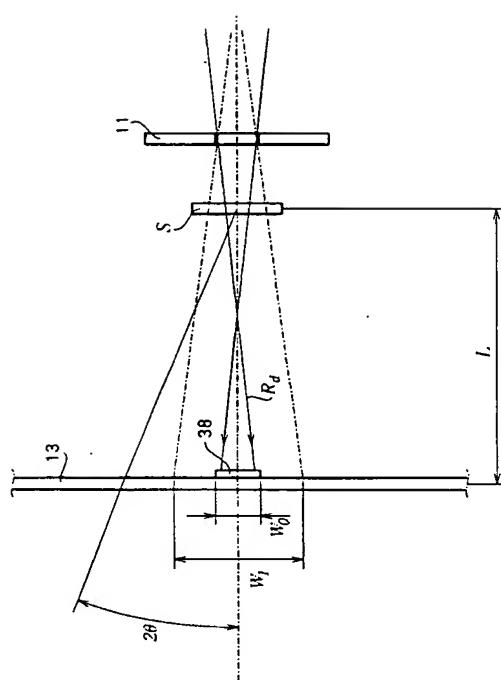
【図1】



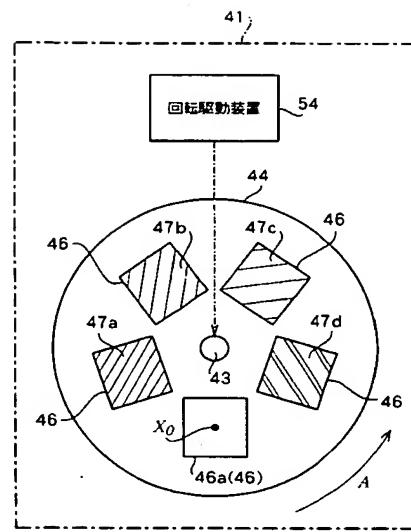
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

F I

G 21 K 8/00

W

テーマコード(参考)